### Docket No. 43521-1800

# IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:

Tetsuji Yamaguchi et al.

Serial No.: 10/782,293

Filed: 02.19.2004

For: PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

ANALYZER



March 10, 2004

Irvine, California 92614

### TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

Commissioner for Patents PO Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

Dear Sir:

Enclosed is the priority document Japan 2003-050200, for the above-identified patent application in accordance with 35 USC §119.

Please acknowledge receipt of this priority document.

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the U.S. Postal Service as first class mail in an envelope addressed to Commissioner for Patents, PO Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 Washington, DC 20231, on March 10, 2004,

by James Lee

Signature

Date of Signature: March 10, 2004

Very truly yours,

SNELL & WILMER-LLP

Joseph W. Price, Reg. No. 25,124

1900 Main Street, Suite 1200

Irvine, CA 92614

949/253-4920

Tetsyl Yamaguchi et al. 43524-1800 JWPrice/9492534920 101782,293

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2003年 2月27日

出 願 番 号 Application Number:

特願2003-050200

[ST. 10/C]:

[JP2003-050200]

出 願 人 Applicant(:

株式会社堀場製作所

2004年 2月25日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 今井康



【書類名】 特許願

【整理番号】 165-092

【提出日】 平成15年 2月27日

【あて先】 特許庁長官 太田信一郎殿

【国際特許分類】 G01N 15/14

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀

場製作所内

【氏名】 山口哲司

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀

場製作所内

【氏名】 梅澤誠

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀

場製作所内

【氏名】 右近寿一郎

【特許出願人】

【識別番号】 000155023

【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所

【代理人】

【識別番号】 100121441

【弁理士】

【氏名又は名称】 西村竜平

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 192752

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】

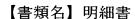
図面 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】

要



【発明の名称】粒径分布測定装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】サンプルに基本光を照射して生じた散乱光の揺らぎに基づいて、当該サンプルに含まれる粒子群の粒径分布を測定するものであって、

基準となるリファレンスサンプルを収容するリファレンスセルと、

前記リファレンスサンプルに測定対象粒子群を加えた測定サンプルを収容する 測定セルと、

単一の光源から射出された基本光を分割し、前記リファレンスサンプル及び測 定サンプルにそれぞれ導く基本光案内機構と、

前記各サンプルに基本光が照射されて生じた散乱光を、光の強度を検出する光 強度検出部に導く散乱光案内機構と、

前記光強度検出部で検出された各散乱光強度の揺らぎの差分又はそれら各揺ら ぎからそれぞれ演算される情報の差分に基づいて、前記測定サンプルに含まれる 測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部とを備えていることを特徴とす る粒径分布測定装置。

【請求項2】前記リファレンスサンプルが所定溶媒のみからなるものであり、前 記測定サンプルが前記所定溶媒中に測定対象粒子を分散させたものである請求項 1記載の粒径分布測定装置。

【請求項3】基本光案内機構を構成する光学部品等の構成要素が全て固定されており、その構成要素のうちの光分割要素で基本光を空間的に分割するようにしている請求項1又は2記載の粒径分布測定装置。

【請求項4】前記光分割要素が基本光の光路上に配置したハーフミラーである請求項3記載の粒径分布測定装置。

【請求項5】前記光分割要素が基本光の光路上に配置した対をなすナイフエッジ ミラーである請求項3記載の粒径分布測定装置。

【請求項6】基本光案内機構を構成する光学部品等の構成要素の一部が可動であり、その可動要素を移動させることにより、基本光をいずれかのサンプルに選択的に導くようにしている請求項1又は2記載の粒径分布測定装置。

2/



【請求項7】前記各セルを一体化していることを特徴とする請求項1、2、3、4、5又は6記載の粒径分布測定装置。

【請求項8】サンプルに基本光を照射して生じた散乱光の揺らぎに基づいて、当該サンプルに含まれる粒子群の粒径分布を測定するものであって、

所定溶媒のみからなるリファレンスサンプルを収容するリファレンスセルと、 前記所定溶媒中に測定対象粒子を分散させた測定サンプルを収容する測定セル と、

単一の光源から射出された基本光をリファレンスサンプルに導くとともに、そのリファレンスサンプルを透過した基本光を更に測定サンプルに導く基本光案内 機構と、

前記各サンプルからの散乱光を、光の強度を検出する光強度検出部に導く散乱 光案内機構と、

前記光強度検出部で検出された各散乱光強度の揺らぎの差分又はそれら各揺ら ぎからそれぞれ演算される情報の差分に基づいて、前記測定サンプルに含まれる 測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部とを備えていることを特徴とす る粒径分布測定装置。

【請求項9】サンプルに基本光を照射して生じた散乱光の揺らぎに基づいて当該サンプルに含まれる粒子群の粒径分布を測定するものであって、

基準となるリファレンスサンプルを収容するリファレンスセルと、

前記リファレンスサンプルに測定対象粒子群を加えた測定サンプルを収容する 測定セルと、

対をなす光源から射出された各基本光のうち、一方を前記リファレンスサンプ ルに導くとともに他方を前記測定サンプルに導く基本光案内機構と、

前記各サンプルからの散乱光を、光の強度を検出する光強度検出部に導く散乱 光案内機構と、

前記光強度検出部で検出された各散乱光強度の揺らぎの差分又はそれら各揺ら ぎからそれぞれ演算される情報の差分に基づいて、前記測定サンプルに含まれる 測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部とを備えていることを特徴とす る粒径分布測定装置。 【請求項10】一対の光強度検出部を有してなり、前記散乱光案内機構が各サンプルからの散乱光を、前記各光強度検出部にそれぞれ導くものである請求項1、2、3、4、5、6、7、8又は9記載の粒径分布測定装置。

【請求項11】単一の光強度検出部を有してなり、前記散乱光案内機構が各サンプルからの散乱光を切り替えて前記光強度検出部に選択的に導くものである請求項1、2、3、4、5、6、7、8、9又は10記載の粒径分布測定装置。

【請求項12】サンプルに基本光を照射して生じた散乱光に基づいて当該サンプルに含まれる粒子群の粒径分布を測定するものであって、

基準となるリファレンスサンプルを収容するリファレンスセルと、

前記リファレンスサンプルに測定対象粒子群を加えた測定サンプルを収容する 測定セルと、

光源から射出された基本光を所定の照射領域に導く基本光案内機構と、

前記照射領域にリファレンスセル又は測定セルを選択的に移動させるセル移動 機構と、

前記移動機構により照射領域に位置づけられた前記各サンプルからの散乱光を 、光の強度を検出する光強度検出部に導く散乱光案内機構と、

前記光強度検出部で検出された各散乱光強度に関する情報の差分に基づいて、 前記測定サンプルに含まれる測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部と を備えていることを特徴とする粒径分布測定装置。

【請求項13】前記散乱光強度に関する情報が、散乱光強度の角度分布に関する ものである請求項12記載の粒径分布測定装置。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

### 【発明の属する技術分野】

本発明は、分散させた粒子群に基本光を照射して生じる散乱光を測定し、その 測定情報に基づいて当該粒子群の粒径分布を算出する粒径分布測定装置に関する ものである。

[0002]

#### 【従来の技術】

従来のいわゆる動的散乱式粒径分布装置の光学系は、光源から射出された基本 光を測定粒子を含むサンプルへ導びくための基本光案内機構と、サンプルから発 せられた散乱光をフォトディテクタへ導くための散乱光案内機構とからなる。

### [0003]

一方、この種の装置は、特許文献1に示すように、分散させた粒子群に所定周波数の基本光を照射して生じた散乱光の強度がそれら粒子のブラウン運動に起因して経時的に揺らぐことを利用して粒径分布を算出しているため、装置設置場所の振動影響、界面での屈折率差による散乱影響、セル表面傷等による散乱影響などがノイズの要因となり得、そのノイズが測定データに混入して測定精度を低下させる場合がある。

 $[0\ 0\ 0\ 4]$ 

### 【特許文献1】

特開2002-221479公報

[0005]

# 【発明が解決しようとする課題】

そこで、そのようなノイズをキャンセルすべく、粒子を含まない溶媒のみからなるサンプルで測定した結果を、粒子を含む溶媒からなるサンプルで測定した結果から差し引いて、真の信号成分のみを抽出することも考えられる。

#### $[0\ 0\ 0\ 6]$

しかしながら、従来のこの種の装置はサンプルを収容するセルが1つであるため、それら2種類のサンプルを測定するには、サンプルを入れ替えなければならないなどかなりの時間を要する上、その測定時間差によって環境が変化し、期待するノイズキャンセルを十分行えない。

### [0007]

そこで本発明は、粒径分布測定装置において、基準となるリファレンスサンプルと測定の対象となる測定サンプルに係るデータを、略同一環境で略同時間帯に測定できるようにし、それら測定結果の差分によって有効にノイズキャンセルできるようにすることをその主たる課題としたものである。

#### [0008]

# 【課題を解決するための手段】

すなわち本発明に係る粒径分布測定装置は、サンプルに基本光を照射して生じた散乱光の揺らぎに基づいて、当該サンプルに含まれる粒子群の粒径分布を測定するものであって、基準となるリファレンスサンプルを収容するリファレンスセルと、前記リファレンスサンプルに測定対象粒子群を加えた測定サンプルを収容する測定セルと、単一の光源から射出された基本光を分割し、前記リファレンスサンプル及び前記測定サンプルにそれぞれ照射する基本光案内機構と、前記各サンプルからの散乱光を受光してそれぞれの強度を検出する光強度検出部と、前記光強度検出部で検出された各散乱光強度の揺らぎの差分又はそれら各揺らぎからそれぞれ演算される情報の差分に基づいて、前記測定サンプルに含まれる測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部とを備えていることを特徴とする。

### [0009]

このようなものであれば、リファレンスセルとサンプルセルが同一装置内に備えられ、しかも略同一時間帯にそれらからの散乱光を測定することができるため、測定中に発生した同一要因からの外乱影響、すなわちノイズが双方の散乱光測定結果にほぼ等しく重畳することとなる。したがって、それら測定結果を差し引くことにより、有効にノイズをキャンセルし、測定対象粒子群からの散乱光情報のみを抽出することができることとなり、粒径分布測定の精度を格段に向上させることができる。例えば測定中に振動影響が発生しても、そのノイズはリファレンスサンプル及び測定サンプルのどちらからの測定結果にも重畳するため、それらを差し引くことで完全にノイズ影響のない真の情報を獲得することができる。なお、「基本光を分割する」とは、基本光を空間的に分割して光が同時に進行する2つの光路を生成することの他、基本光を時間的に分割していずれかのサンプルに選択的に基本光が導かれるように光路を生成することも含まれる。また、「揺らぎから演算される情報」とは、例えば揺らぎから演算される周波数強度分布情報等の途中演算情報のことを含む。

# [0010]

サンプルの好適な実施態様としては、前記リファレンスサンプルが所定溶媒の みからなるものであり、前記測定サンプルが前記所定溶媒中に測定対象粒子を分

6/

散させたものを挙げることができる。

# $[0\ 0\ 1\ 1]$

完全同時測定を可能とするには、基本光案内機構を構成する光学部品等の構成 要素が全て固定されており、その構成要素のうちの光分割要素で基本光を空間的 に分割するようにしているものが好ましい。この光分割要素の比較的安価好まし い具体例としては、基本光の光路上に配置したハーフミラーや対をなすナイフエ ッジミラーを挙げることができる。

### [0012]

また、基本光案内機構を構成する光学部品等の構成要素の一部が可動であり、 その可動要素を移動させることにより、基本光を時間的に分割するようにしているものであっても、ほぼ同様の効果を得ることができる。

### [0013]

各サンプルの環境をより近似させ、ノイズ除去を効果的に行うためには、前記 各セルを一体化しているものが望ましい。

# [0014]

基本光案内機構は、基本光を分割するものに限られない。例えば、リファレンスサンプルが溶媒のみからなるものであれば、リファレンスサンプルに照射した基本光のほとんどが透過するため、リファレンスセルを透過した基本光を更に測定サンプルに導くようにしたものでもよい。このようにすれば、構造簡単化や低コスト化を実現することができる。

#### [0015]

他の態様としては、同一光源を一対設け、基本光案内機構を、その一対の光源から射出された各基本光のうち、一方を基準となるリファレンスサンプルに導くとともに他方を測定の対象となる前記測定サンプルに導くものを挙げることができる。

#### [0016]

一方、散乱光検出側の構成としては、一対の光強度検出部を有してなり、前記 散乱光案内機構が各散乱光を、各光強度検出部にそれぞれ導くものを挙げること ができる。

# [0017]

もちろん、単一の光強度検出部のみを設け、前記散乱光案内機構により各サンプルからの散乱光を切り替えて前記光強度検出部に選択的に導くようにしても構わない。

# [0018]

さらに、基本光を分割するのではなく、セルを移動させることにより、基本光 を各セルに選択的に照射するようにしたものでも構わない。このようなものであ れば、光強度検出部や、散乱光案内機構を単独のものにできるため、散乱光強度 の角度分布から粒径分布を測定するいわゆる散乱/回折式粒径分布測定装置にも 現実的に適用することが可能である。なお、請求項12中の「散乱光強度に関す る情報」とは、散乱光強度を直接示す情報に限られず、それに関連する情報、例 えば演算により求められる情報等を含む意味である。

### [0019]

# 【発明の実施の形態】

以下に本発明の一実施形態について図面を参照して説明する。

### [0020]

図1は、本実施形態に係る粒径分布測定装置1の概要を示す全体模式図である。この粒径分布測定装置1は動的散乱式のもので、溶媒Qに測定対象粒子Cを分散させた測定サンプルOSを収容する透明の測定セル2aと、溶媒QのみからなるリファレンスサンプルRSを収容する透明のリファレンスセル2bと、これらセル2a、2bを保持収容するセルユニット部3と、単一の光源(半導体レーザ)4と、前記半導体レーザ4から射出された基本光たるレーザ光Lを空間的に分割し、前記リファレンスサンプルRS及び測定サンプルOSにセル2a、2bの外側からそれぞれ導く基本光案内機構5と、光の強度を検出する光強度検出部(フォトディテクタ)6と、前記各サンプルOS、RSからの散乱光LNa、LNbをフォトディテクタ6a、6bに導く散乱光案内機構7と、前記フォトディテクタ6a、6bに導く散乱光案内機構7と、前記フォトディテクタ6a、6bで検出された各散乱光LNa、LNbの強度の揺らぎの差分に基づいて、前記測定サンプルOSに含まれる測定対象粒子C群の粒径分布を算出する情報処理部8とを備えている。

### [0021]

各部を説明すると、測定セル2a及びリファレンスセル2bは、中空透明ガラス製の互いに同一のもので、前記セルユニット部3に収容してある。なお、測定対象粒子Cは温度の変化によってそのブラウン運動が敏感に変化し、測定に影響を及ぼすおそれのあるところ、本実施形態では、セルユニット部3内の温度制御を行う温度制御機構(図示しない)を設けて測定中の試料温度を安定化させ、高精度な測定が行えるようにしてある。

# [0022]

基本光案内機構 5 は、前記半導体レーザ 4 から射出された拡散レーザ光Lを所定径の平行レーザ光Lにするコリメートレンズ 5 1 と、前記平行レーザ光Lを、透過するものLaと反射するものLbとに空間的に分割する光分割要素たるハーフミラー 5 2 と、前記ハーフミラー 5 2 を透過した第1のレーザ光Laを前記測定セル 2 a の内壁面やや内側に集光させる測定サンプル用集光レンズ 5 3 a と、前記ハーフミラー 5 2 で反射した第2のレーザ光Lbを前記リファレンスセル 2 b の内壁面やや内側に集光させるリファレンスセル用集光レンズ 5 3 b とを備えている。

### [0023]

フォトディテクタ6a、6bは、周知のごとく、所定波長帯域の光を受光し、その光の強度に応じた強さの電気信号である光強度信号を出力するもので、本実施形態では測定サンプル用のもの6aとリファレンスサンプル用のもの6bとの2つを設けている。

#### $[0\ 0\ 2\ 4]$

散乱光案内機構7は、例えば後方散乱光を測定するためのもので、前記各サンプルOS、RSにレーザ光La、Lbをそれぞれ照射することにより生じた散乱光LNa、LNbを、前記各フォトディテクタ6a、6bにそれぞれ導く各一対の構成要素からなる。構成要素とは、入射レーザ光La、Lbの進行方向と逆向きに散乱する散乱光LNa、LNbを、前記平行レーザ光La、Lbより大径の平行光とする平行化レンズ71a、71b、平行化された散乱光LNa、LNbのうちから多重散乱光等のノイズ要因となる光をカットするためのノイズ光カッ

ト部72a、72b、このノイズ光カット部72a、72bからでた散乱光LNa、LNbを反射して光路を変える反射ミラー73a、73b、その散乱光LNa、LNbを前記フォトディテクタ6a、6bの受光面に集光照射する集光レンズ74a、74b等である。前記平行化レンズ71a、71bは、前記基本光案内機構5における集光レンズ53a、53bを兼ねるもので、散乱光LNa、LNbの光路が入射レーザ光La、Lbの光路と途中まで合致するようにしてある。前記ノイズ光カット部72a、72bは、ピンホールPHを有した遮蔽板Bの前後に一対の凸レンズR1、R2を配してなるものである。反射ミラー73a、73bは、前記平行レーザ光La、Lbの光路上に設置されるため、その平行レーザ光La、Lbの光量を変えることなくこれを通過させるべく中央部に略同径のレーザ貫通孔LHが設けてある。なお、本実施形態において前記半導体レーザ4、セル2a、2b、セルユニット部3、基本光案内機構5、散乱光案内機構7、フォトディテクタ6a、6b等は同一筐体内に収容してある。

### [0025]

情報処理部8は、記憶装置に記憶させたプログラムに基づくCPU及び周辺ハードウェアの動作や、専用ディスクリート回路の動作によって、その機能を発揮するもので、各フォトディテクタ6a、6bから出力される散乱光強度信号の時間的揺らぎをそれぞれ揺らぎ情報として受け付けてそれらの差分をとる差分部81と、その差分部81で生成された差分情報に加え、溶媒や粒子の屈折率、温度、粘度等に係るデータをパラメータとして粒径分布を算出する算出部82と、その結果をディスプレイやプリンタ等に所定の態様で出力する出力部83等としての役割を担う。なお、本実施形態ではホモダイン検出法を用いており、前記各パラメータに基づく粒径分布算出に係るアルゴリズム等の詳細内容に関しては本発明者が特開2000−171383等で明らかにしているため、ここでの説明は省略する。もちろんへテロダイン検出法でも適用可能なのはいうまでもない。また、本実施形態では、前記差分部81において、各散乱光強度信号をアナログ信号のままディスクリート差分回路を用いて差分し、その結果をデジタル変換して算出部82に伝達するようにしているが、各散乱光強度信号をデジタル信号に変換した後、差分をとるようにしても構わない。



### [0026]

次にこのように構成した本装置1の作動例について図2を参照しつつ説明する

### [0027]

半導体レーザ4からレーザ光Lが照射されると、ハーフミラー52で等強度の2つのレーザ光La、Lbに分割され、測定セル2a中の測定サンプルOS及びリファレンスセル2b中のリファレンスサンプルRSにそれぞれ照射される。次に各セル2a、2bで生じた散乱光LNa、LNbが、散乱光案内機構7によってそれぞれフォトディテクタ6a、6bで受光され、アナログ散乱光強度信号としてそれぞれ出力される。

# [0028]

そして情報処理部 8 が、前記各アナログ散乱光強度信号を受け付け(ステップ S 1)、その時間的揺らぎであるリファレンス散乱光揺らぎ情報及び測定サンプ ル散乱光揺らぎ情報を得る(ステップ S 2)。

# [0029]

次に情報処理部8は、前記ステップS2で得られた各散乱光揺らぎ情報の差分をとり差分情報を生成する(ステップS3)。

#### [0030]

そして、前記ステップS3で生成した差分情報に基づいて、前記測定サンプルに含まれる測定対象粒子群の粒径分布を算出し(ステップS4)、その結果をディスプレイやプリンタ等に所定の態様で出力する(ステップS5)。

#### [0031]

ところでリファレンスサンプルRSは溶媒Qのみからなるものであるため、そこから得られる揺らぎ情報は装置設置場所の振動影響、界面での屈折率差による 散乱影響等の外乱に起因するノイズであると考えられる。

#### [0032]

一方、測定セル2aとリファレンスセル2bとは同一セルユニット部3内に保持されて周辺環境がほぼ等しく保たれているうえ、各セル2a、2bからの散乱 光LNa、LNb測定は完全同時に行われているため、測定サンプルOS側の揺



らぎ情報には、測定対象粒子Cのブラウン運動に起因する真の揺らぎ情報に加え、前記リファレンスサンプルRSから得られるノイズと等しいノイズが重畳していると考えられる。

# [0033]

したがって本実施形態によれば、前述したように、測定サンプルOS側の揺らぎ情報からリファレンスサンプルRS側の揺らぎ情報、すなわちノイズを差し引いているため、有効にノイズキャンセルした真の揺らぎ情報を得ることができ、その測定精度を従来のものに比して格段に向上させることができる。

# [0034]

なお、本発明は前記実施形態に限られるものではない。以下に示す図において、前記実施形態と対応する部材には同一の符号を付すこととする。また各図において構造を簡略化して示す場合もある。

### [0035]

例えば、散乱光案内機構に関して言えば、前記実施形態のように後方散乱光測定のみならず、図3、図4に示すように、側方(例えば90°方向)や斜め後方(例えば170°)に進行する散乱光LNa、LNbを検出できるように構成してもよいし、図5に示すように複数角度で散乱光LNa、LNbを検出できるようにしてもよい。レーザ光Lの波長と測定対象粒子Cの粒子径との関係で、散乱光LNa、LNbの強度に角度依存性があるからである。また、図示しないがフォトディテクタを1つだけにし、散乱光案内機構において、各サンプルからの散乱光を選択的にその単一フォトディテクタに導くようにしても構わない。

#### [0036]

また基本光案内機構に関しても種々の態様が考えられる。例えば、基本光案内機構を構成する光学部品等の構成要素が全て固定されており、その構成要素のうちの光分割要素で基本光を空間的に分割する例について簡単に説明する。

#### [0037]

前記実施形態では、光分割要素としてハーフミラーを用いたがその他に、例えばビームスプリッタ52Aを用いたもの(図6)、バイプリズム52Bを用いたもの(図7)、一対のナイフエッジミラー52C1、52C2を用いたもの(図



8)、一対のスリット52D1、52D2を利用するようにしたもの(図9)等を挙げることができる。これらの例では各サンプルからの散乱光の完全同時測定が可能である。

### [0038]

一方、基本光案内機構を構成する構成要素の一部を可動要素とし、その可動要素を移動させることにより、基本光をいずれかのサンプルに選択的に導くように したものでも構わない。

# [0039]

例えば、可動要素として 1 / 2 波長板 5 2 E を用いたものを挙げることができ る(図10)。このものは波長板52Eを回転させることにより偏光方向をP又 はSに選択的に変え、その後方に配置した偏光ビームスプリッタBSによって前 記偏光方向に応じていずれかのサンプルに選択的にレーザ光La、Lbを照射す るようにしたものである。また、一対のミラー52F1、52F2をレーザ光の 光路上に直列に配置し、上流にあるものを光路から移動できるようにしたもの( 図11)や、ミラー52Gを回転可能に支持しその回転角度によりいずれかのサ ンプルに選択的に基本光を照射するようにしたもの(図12)、単スリット52 Hを移動させるようにしたもの(図13)、リファレンスセル2bとサンプルセ ル2aを、入射レーザ光の光軸に対し直列に並べておき、集光レンズ53を光軸 に沿って移動又は焦点距離を変えることにより、レーザ光の焦点をリファレンス サンプル2b又は測定サンプル2aのいずれかに選択的に変更可能に構成したも の(図14)、チョッパー52Iを利用したもの(図15)、セクターミラー5 2 Jを利用したもの(図16)等を挙げることできる。その他、可動要素ではな いが、図17に示すように、1/2波長板の代わりに光学偏向素子52Kを利用 したものでも構わない。これらの例では各サンプルからの散乱光の完全同時測定 はできないものの、順次測定乃至繰り返し測定が可能であり、ほぼ同様の作用効 果を奏し得る。なお、これらの場合、散乱光の揺らぎを同時に厳密には同時に測 定していないため、時系列データである揺らぎ情報の差分をとることが難しい。 したがって情報処理部では、各揺らぎ情報から算出される例えば周波数強度分布 情報等の、時間をパラメータとしない揺らぎ関連情報の差分をとることが望まし



110

# [0040]

また、図18に示すように、半導体レーザから射出されたレーザ光LをリファレンスサンプルRSに導くとともに、そのリファレンスサンプルRSを透過したレーザ光Lを更に測定サンプルOSに導くような構成としても構わない。

### [0041]

さらにセルに関して言えば、図19に示すように、リファレンスセル2bと測定セルとを一体構造にしたものでも構わない。この図19では、1つの透明ケーシングの中央を仕切壁で区切って2つの部屋を形成し、それぞれをリファレンスセル2b及び測定セル2aとしている。しかして入射レーザ光La、Lbは、同図に示すように各セル2a、2bの表面壁に対し直交させてもよいし、図20に示すように、分割されたレーザ光La、Lbを互いに直交させるとともに、各セル2a、2bの表面壁に対し角度をもたせて斜めに入射させてもよい。斜めにすることでノイズ光を減少させる効果も得られる。

# [0042]

また、図21に示すように、独立した2つの光源4a、4bを設け、フォトディテクタ6a、6bに至るまで、完全に独立した2つの系で測定するようにしても構わない。

#### [0043]

さらに、図22に示すように、レーザ光Lを分割するのではなく、セル2a、2bを移動させることにより、レーザ光Lを各セル2a、2bに選択的に照射するようにしたものでも構わない。このようなものであれば、基本光案内機構や散乱光案内機構は一つの光路のみを形成すればよく、もちろん光源や光強度検出部も単独のものにできる。またかかる構成であれば、上述した動的散乱式の粒径分布測定装置のみならず、散乱光強度の角度分布から粒径分布を測定するいわゆる散乱/回折式粒径分布測定装置にも適用することが可能である。

### [0044]

もちろん、セルの形状は直方体に限らず、円筒形であってもよいし、集光位置 が図3に示すようにセルの中心、或いはその他の場所であってもよい。前記各構



成を可能であれば種々組み合わせてもよい。

# [0045]

その他、本発明は前記図示例に限られず、その趣旨を逸脱しない範囲で種々の変更が可能である。

### [0046]

# 【発明の効果】

以上に詳述したように、本発明によれば、基本光がリファレンスサンプル及び 測定サンプルに照射され、略同一時間帯にそれらからの散乱光を測定することが できるので、それら測定結果の差分によって、測定中に発生した同一要因からの 外乱影響、すなわちノイズをキャンセルし、測定対象粒子群からの散乱光情報の みを有効に抽出することができる。

### 【図面の簡単な説明】

### 【図1】

本発明の一実施形態における動的散乱式粒径分布測定装置の模式的全体図。

### [図2]

同実施形態における動的散乱式粒径分布測定装置の作動ステップを示すフロー チャート。

#### 【図3】

本発明の他の実施形態における動的散乱式粒径分布測定装置の模式的全体図。

### 【図4】

本発明の他の実施形態における動的散乱式粒径分布測定装置の模式的全体図。

#### 【図5】

本発明のさらに他の実施形態における動的散乱式粒径分布測定装置の模式的全体図。

# 【図6】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

# 【図7】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

#### 【図8】



本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図9】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図10】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図11】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図12】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

#### 【図13】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

# 【図14】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図15】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図16】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

#### 【図17】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

#### 【図18】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

# 【図19】

本発明に係るセルの変形例を示す模式図。

### 【図20】

本発明に係るセルの変形例を示す模式図。

### 【図21】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。

### 【図22】

本発明に係る基本光案内手段の変形例を示す模式図。



# 【符号の説明】

RS・・・リファレンスサンプル

OS・・・測定サンプル

C・・・測定対象粒子

L、La、Lb···基本光 (レーザ光)

LNa、LNb···散乱光

2 a・・・測定セル

2 b・・・リファレンスセル

4・・・光源(半導体レーザ)

5・・・基本光案内機構

6・・・光強度検出部

7・・・散乱光案内機構

8・・・情報処理部

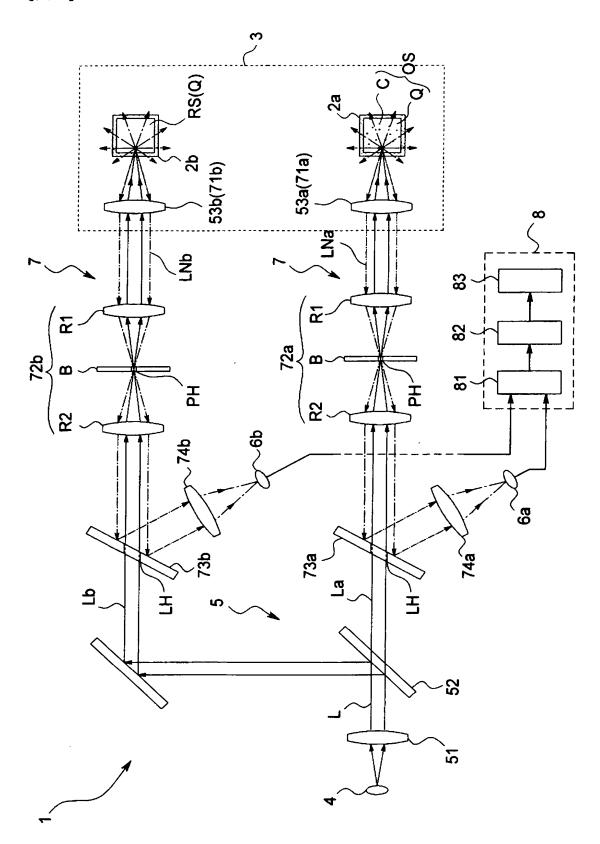
52・・・光分割要素 (ハーフミラー)

52C1、52C2・・・ナイフエッジミラー

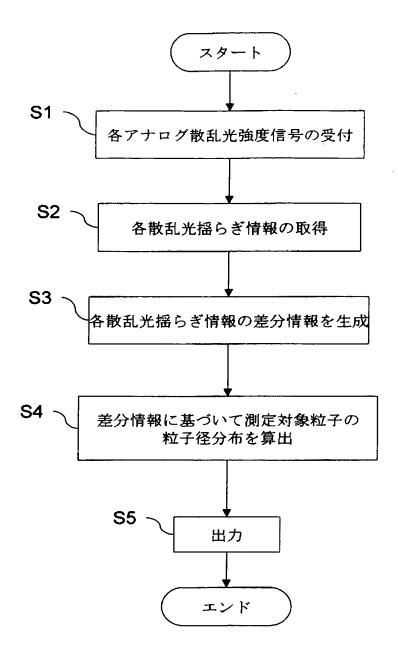
【書類名】図面



【図1】

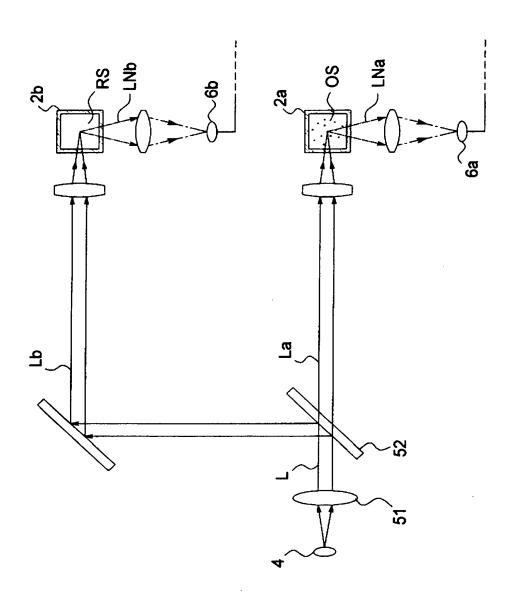




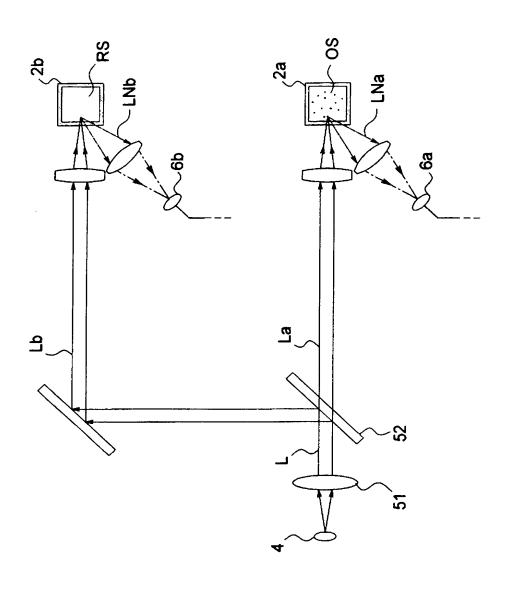




【図3】

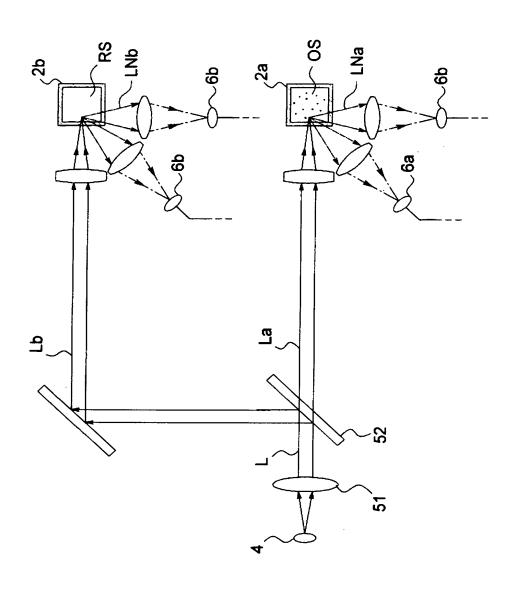




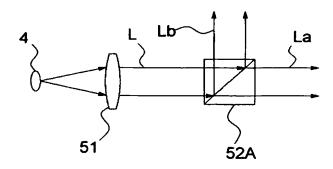




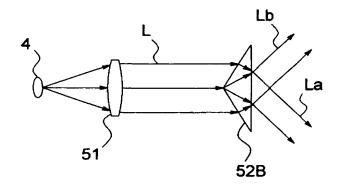
【図5】



【図6】



【図7】





[図8]

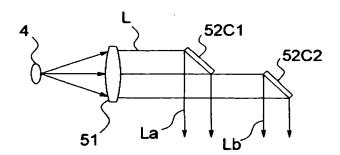
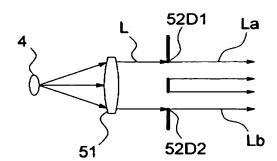
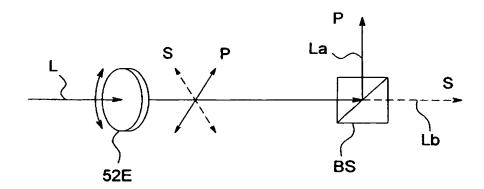


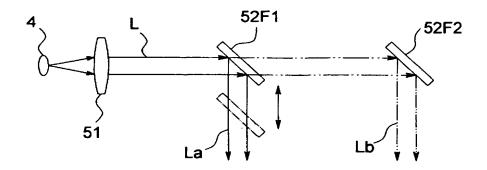
図9】



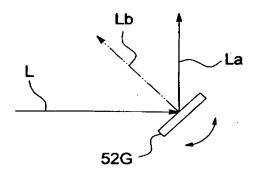
【図10】



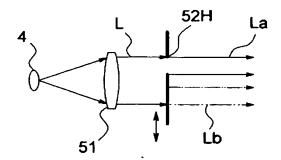
【図11】



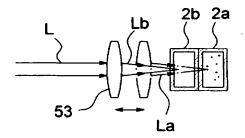
【図12】



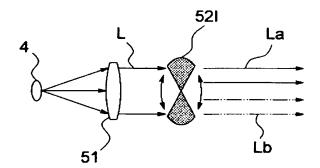
【図13】



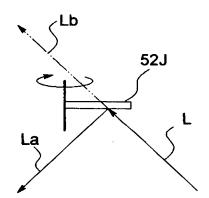
【図14】



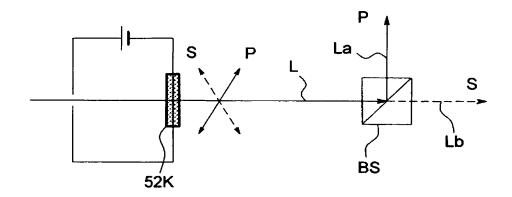
【図15】



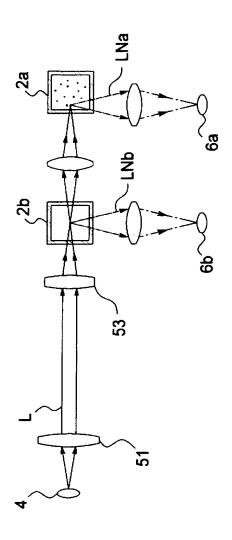
【図16】



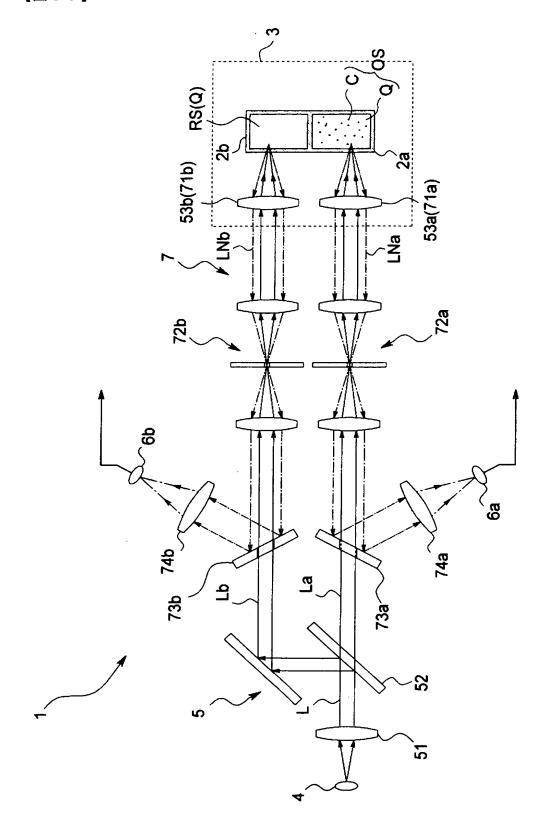
【図17】



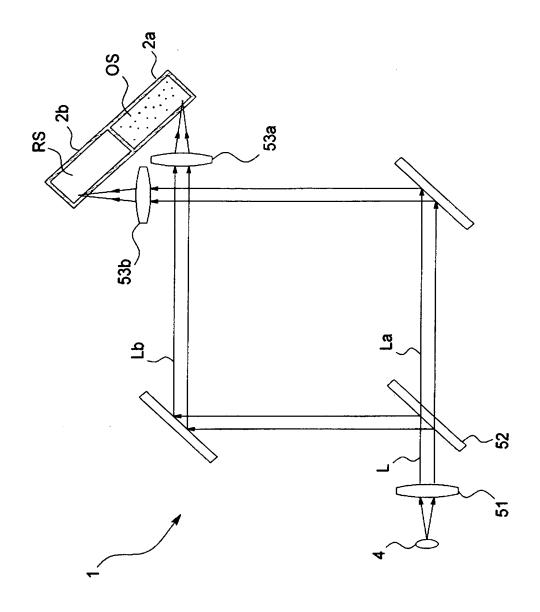
【図18】



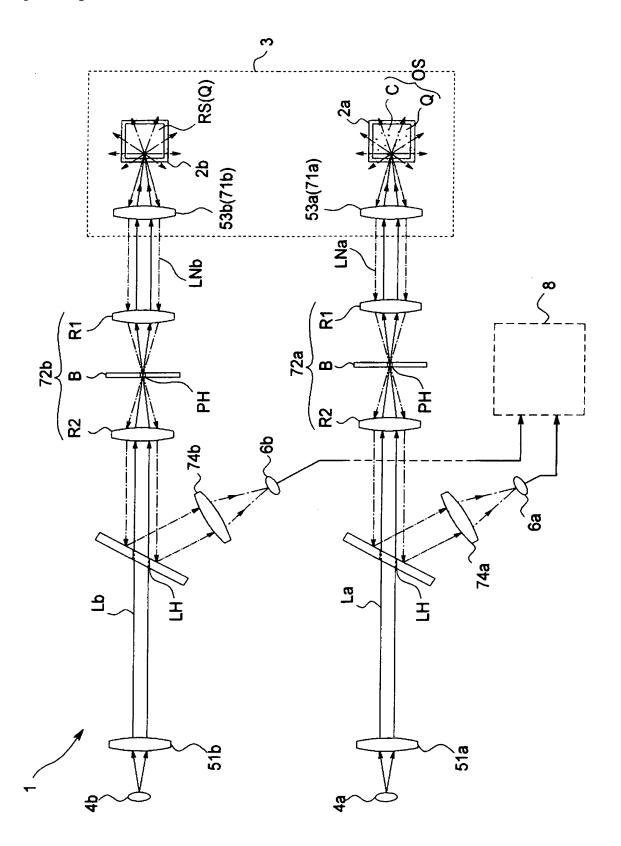
[図19]



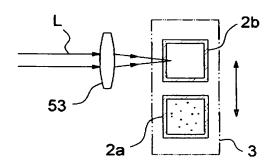
【図20】



【図·21】



【図22】





### 【書類名】要約書

# 【要約】

【課題】粒径分布測定装置において、測定対象粒子を含む測定サンプルから得られる散乱光情報に重畳するノイズをキャンセルし、より正確な測定を行う。

【解決手段】単一の光源から射出された基本光しを分割し、基準となるリファレンスサンプルRS及び測定サンプルOSにそれぞれ導く基本光案内機構5と、

前記各サンプルOS、RSに各基本光La、Lbが照射されて生じた散乱光LNa、LNbを、光の強度を検出する光強度検出部6に導く散乱光案内機構7と、前記光強度検出部6で検出された各散乱光LNa、LNbの強度の揺らぎの差分又はそれら各揺らぎからそれぞれ演算される情報の差分に基づいて、前記測定サンプルOSに含まれる測定対象粒子群の粒径分布を算出する情報処理部8とを備えるようにした。

# 【選択図】図1

特願2003-050200

出願人履歴情報

識別番号

 $[0\ 0\ 0\ 1\ 5\ 5\ 0\ 2\ 3]$ 

1. 変更年月日

1990年 9月 3日

[変更理由] 住 所 新規登録 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

氏 名

株式会社堀場製作所